

PENGARUH ASAM SITRAT, TARTARAT DAN OKSALAT PADA PENENTUAN ASAM ASKORBAT DENGAN METODA SPEKTRIFOTOMETRI

(INTERFERENCE OF CITRIC, TARTARIC AND OXALIC ACID IN
DETERMINATION OF ASCORBIC ACID BY
SPECTROPHOTOMETRIC METHOD)

Indrawati

Jurusan Kimia, FMIPA Universitas Andalas

ABSTRACT

A Research has been conducted to determine the ascorbic acid. Ascorbic acid reduced the Fe(III) to Fe(II) than Fe(II) ions was determined spectrophotometrically. The optimum condition for the complex formation were wavelength 488 nm, pH 4.5, concentration of Fe(III) ion 8.8×10^{-5} M, concentration of ortho-phenantroline $4 \times 10^{-3}\%$. A mixture of citric, tartaric and oxalic acid gave a negative interference and can be diminished by addition of aluminium ions 0.028 M.

The method was used to determine the concentration of ascorbic acid in citrus fruits. Concentration of ascorbic acid found was 327.14 ppm, recovery 95.93 % and relative standard deviation 0.54 %.

PENDAHULUAN

Asam askorbat yang lebih dikenal dengan vitamin C, sebagian besar berasal dari sayuran dan buah-buahan terutama buah-buahan segar. Vitamin ini larut dalam air dan mudah teroksidasi menjadi asam L-dihidroaskorbat yang sangat labil dan dapat mengalami perubahan lebih lanjut menjadi asam L- diketogulonat yang tidak mempunyai keaktifan vitamin C lagi. Vitamin C berperan dalam tubuh pada pembentukan jaringan antar sel seperti pada jaringan ikat tulang, dan jaringan ikat pembuluh darah (Louis F. Fieser, 1950 dan Stryer L., 1975). Konsumsi vitamin C per hari untuk anak-anak dan orang dewasa Indonesia antara 20 - 30 mg. Bila ibu hamil dan menyusui diperlukan tambahan 20 mg yang disarankan oleh Widya Karya Pangan Nasional NAS-LIPI 1978. Bila kekurangan vitamin C akan menyebabkan penyakit skorbut atau sariawan (Winarno F.G., 1984).

Salah satu buahan yang cukup banyak mengandung vitamin C adalah jeruk nipis, dimana tiap 100 gram berisi vitamin C antara 40 - 70 mg. Jeruk nipis untuk tumbuh tidak banyak memerlukan pemeliharaan dan dapat berbuah terus menerus sepanjang tahun (Sarwono B., 1986).

Banyak metoda yang dapat digunakan untuk penentuan asam askorbat seperti volumetri, namun tidak praktis karena menggunakan reagen yang banyak dan warna sampel yang dapat mengganggu. Bila dengan metoda spektrofotometri dapat langsung digunakan dan merupakan metoda yang cepat dan sederhana. Pada pengerjaan dengan spektrofotometri digunakan besi (III) yang direduksi oleh vitamin C menjadi besi (II) dan dikomplekkan dengan ortho fenantrolin, reaksi yang terjadi sebagai berikut :



Tetapi dengan adanya asam-asam organik seperti asam sitrat, tartarat, oksalat dan fruktosa, sukrosa, manosa serta ion-ion Co(II), Cu(II) Ni(II), akan mengganggu dalam pengukuran. Namun gangguan dari asam organik ini dapat diatasi dengan penambahan aluminium atau lantanum, sedangkan gangguan dari ion-ion dapat diatasi dengan penambahan pengomplek yang sesuai (Jaselskis N., Joseph Nelapaty S.J., 1971 dan Powell Kipton J., Raewyn M. Town, 1995). Gangguan dari campuran asam-asam organik dan fungsi aluminium dapat mengatasi gangguan campuran asam-asam organik ini dalam penentuan asam askorbat belum ada dilaporkan.

Berdasarkan penelitian ini maka dilakukan penentuan asam askorbat dan dipelajari gangguan campuran asam-asam sitrat, tartarat dan oksalat serta sampai dimana aluminium dapat mengatasi gangguan -

tersebut dengan menggunakan metoda spektrofotometri.

BAHAN DAN METODA

Bahan

Bahan yang digunakan disini adalah : besi (III) amonium sulfat, O-fenantrolin, asam askorbat, asam asetat, natrium asetat, aluminium asetat, asam sulfat, asam sitrat, asam tartarat, asam oksalat, air jeruk nipis, akuades.

Metoda Penelitian

Pada awal pengerjaan dilakukan pemilihan panjang gelombang maksimum dengan range 450-550 nm. Hasil yang didapat panjang gelombang maksimum pada 488 nm.

Pengaruh pH Buffer Terhadap Absorban

Kedalam sederetan labu ukur 25 ml dimasukkan masing-masing 5 ml bufer asetat (campuran Na-asetat-asam asetat) dengan variasi pH 3,5 - 5,5, 1 ml aluminium asetat 0,1 M, 1 ml besi (III) $2,2 \times 10^{-3}$ M, 5 ml asam askorbat 25 ppm dan 1 ml o-fenantrolin. Encerkan sampai tanda batas dan diukur absorban dengan spektrofotometer pada panjang gelombang 488 nm.

Pengaruh Besi(III) Terhadap Absorban

Pada labu ukur 25 ml ditambahkan reagen-reagen seperti di atas tetapi pH yang digunakan 4,5 dan konsentrasi besi(III) dilakukan variasi konsentrasi besi(III) $5,28 \cdot 10^{-5}$ M- $12,32 \cdot 10^{-5}$ M setelah diencerkan sampai tanda batas diukur absorban pada panjang gelombang 488 nm.

Pengaruh Ortho-fenantrolin Terhadap Absorban

Dilakukan penambahan reagen-reagen pada labu ukur 25 ml seperti di atas dimana pH digunakan 4,5 konsentrasi besi $8,8 \times 10^{-5}$ M dan variasi konsentrasi o-fenantrolin o-fenantrolin $2,4 \cdot 10^{-5}$ %- $5,6 \cdot 10^{-5}$ %, setelah diencerkan hingga tanda batas diukur absorban pada panjang gelombang 488 nm.

Pengaruh Campuran Asam Sitrat, Tartarat dan Oksalat Tanpa Adanya Al(III)

Pengaruh campuran asam-asam sitrat, tartarat dan oksalat tanpa adanya Al(III) dilakukan pengerjaan dimana sederetan labu ukur 25 ml ditambahkan 5 ml buffer asetat pH 4,5, 1 ml besi(III) $8,8 \times 10^{-5}$ M, 5 ml asam askorbat 25 ppm, 1 ml o-fenantrolin 4×10^{-5} %. Kemudian masing-masing labu ditambahkan campuran asam sitrat-tartarat, sitrat oksalat, tartarat oksalat dengan perbandingan 0 : 0 ; 1 : 3 ; 2 : 2 ; 3 : 1, setelah diencerkan dengan akuades sampai tanda batas diukur absorban pada panjang gelombang 488 nm.

Pengaruh Al(III) Terhadap Campuran Asam sitrat, tartarat dan Oksalat

Pengaruh Al(III) terhadap campuran asam-asam organik ini dilakukan penambahan reagen-reagen seperti prosedur pengaruh campuran asam-asam organik tanpa Al(III), kemudian ditambahkan variasi volume Al(III) 0,1 M mulai 1-7 ml labu diukur absorban pada panjang gelombang 488 nm.

Penentuan Asam Askorbat Dalam Jeruk Nipis

Air jeruk nipis dikocok dan disentripus selama 10 menit, diambil 2 ml dan masukkan dalam labu ukur 50 ml, encerkan dengan akuades sampai tanda batas. Kemudian pada labu ukur 25 ml dimasukkan 5 ml buffer asetat pH 4,5, 7 ml Al(III) 0,1 M, 1 ml besi(III), $8,8 \times 10^{-5}$ M, 5 ml sampel, 1 ml o-fenantrolin 4×10^{-5} %, encerkan dengan akuades hingga tanda batas dan diukur absorban pada panjang gelombang 488 nm.

Penentuan Recoveri

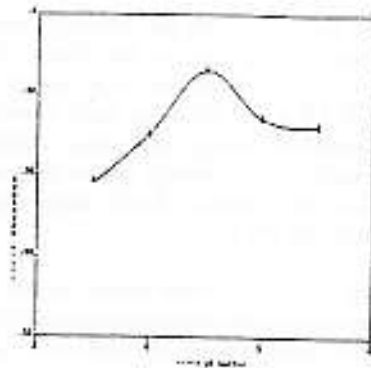
Pada labu ukur 25 ml ditambahkan 5 ml buffer asetat 4,5, 7 ml Al(III), 1 ml besi(III) $8,8 \times 10^{-5}$ M, 5 ml sampel jeruk nipis dan 1 ml o-fenantrolin 4×10^{-5} %, encerkan sampai tanda batas dengan akuades dan ukur absorbannya pada panjang gelombang 488 nm.

Pengerjaan yang lain pada labu ukur 25 ml setelah ditambah reagen-reagen di atas dan sampel lalu ditambah 1 ml asam askorbat 25 ppm, encerkan dengan akuades sampai tanda batas dan diukur absorbannya pada panjang gelombang 488 nm.

HASIL DAN DISKUSI

Hubungan antara pH buffer dengan absorbansi

Hubungan antara pH buffer dengan absorbansi pada penentuan asam askorbat dalam percobaan didapat dengan bertambahnya pH buffer maka absorbansi juga meningkat dan kondisi optimum pada pH buffer 4,5, dimana pada pH ini kompleks sempurna terbentuk, ini dapat dilihat pada Gambar 1.

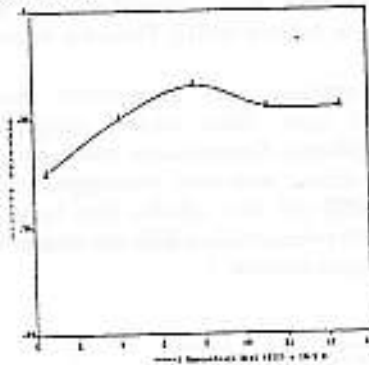


Gambar 1. Hubungan pH buffer dengan absorbansi

Bila pH buffer lebih kecil dari 4,5 maka pembentukan kompleks besi(II) o-fenantrolin dibalangi dengan adanya persaingan ion hidrogen, sehingga kompleks yang terbentuk tidak sempurna. Bila pH buffer besar dari 4,5 maka akan terbentuk hidroksi besi(III) yang tidak cepat direduksi, sehingga akan mengganggu pengukuran.

Hubungan Penambahan Besi(III) Dengan Absorban

Hubungan penambahan besi(III) dengan absorban didalam percobaan dapat dilihat dengan bertambahnya konsentrasi besi(III), maka absorban juga meningkat, hal ini dapat dilihat pada Gambar 2.

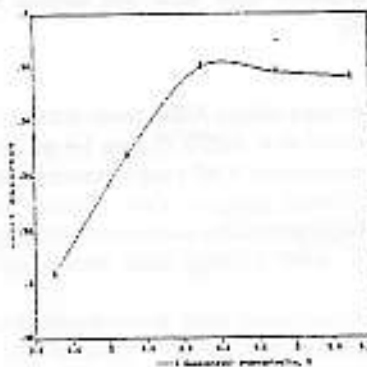


Gambar 2. Hubungan penambahan besi (III) dengan absorban

Pada Gambar 2 dapat dilihat kondisi optimum serapan pada konsentrasi $8,8 \times 10^4$ M, hal ini menunjukkan pada konsentrasi ini stoichiometri reaksi telah tercapai.

Hubungan Antara Penambahan Ortho-fenantrolin Dengan Absorban

Penambahan o-fenantrolin bila diperhatikan dengan bertambahnya konsentrasi o-fenantrolin yang berfungsi sebagai pengomplek besi(II) maka serapan juga akan bertambah. Hal ini dapat dilihat pada Gambar 3.

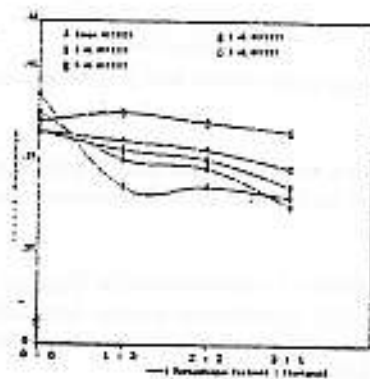


Gambar 3. Hubungan penambahan o-fenantrolin dengan absorban

Dari gambar 3 di atas dapat dilihat serapan maksimum pada konsentrasi o-fenantrolin 4×10^{-3} M yang menunjukkan pembentukan kompleks besi(II) o-fenantrolin telah mengikuti stoichiometri reaksi.

Pengaruh Adanya Campuran Asam Sitrat-Tartarat, Sitrat-Oksalat dan Tartarat-Oksalat Tanpa dan Adanya Al(III) Terhadap Absorban

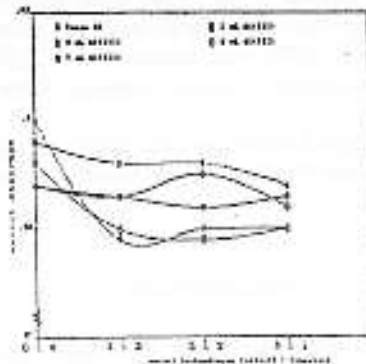
Pengaruh penambahan campuran asam sitrat-tartarat dengan perbandingan campuran yang bervariasi dapat dilihat adanya campuran asam ini akan menurunkan serapan pengukuran. Kemungkinan penurunan serapan ini karena terjadinya ikatan besi(III) dengan asam-asam pengganggu, sehingga besi(II) yang dihasilkan dari reduksi besi(III) oleh asam askorbat akan berkurang. Jadi kompleks yang terbentuk antara besi(II) o-fenantrolin sedikit dan serapan yang diukur berkurang. Hal ini dapat dilihat pada Gambar 4.



Gambar 4. Pengaruh campuran asam sitrat dan tartarat tanpa Al (III) dan dengan Al (III)

Dari Gambar 4 dapat dilihat tanpa adanya Al(III) maka didapat absorban menurun. Setelah dilakukan variasi penambahan Al(III) 25 ppm 1-4 ml, maka absorban naik. Penambahan Al(III) 25 ppm sebanyak 4 ml yang konsentrasinya 0,016 M didapat absorban yang relatif datar, berarti gangguan dari campuran asam-asam ini dapat diatasi, jadi fungsi Al(III) sebagai pemasking asam-asam pengganggu yang mana akan membentuk suatu kompleks kelat sehingga tidak mengganggu penentuan asam askorbat.

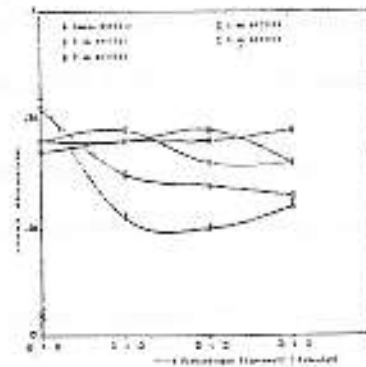
Pengaruh penambahan campuran asam sitrat-oksalat dengan perbandingan campuran yang bervariasi pada penentuan asam askorbat dapat dilihat absorban menurun dengan adanya campuran asam-asam organik ini, seperti terlihat pada Gambar 5.



Gambar 5. Pengaruh campuran asam sitrat dan oksalat tanpa Al (III) dan dengan Al (III)

Dari Gambar 5 terlihat tanpa penambahan Al(III) didapat absorbansi menurun dengan adanya campuran asam-asam organik. Penambahan variasi volume Al(III) pada campuran larutan maka didapat absorbansi menaik, dimana didapat pada volume Al(III) 7 ml yang konsentrasinya 0,028 M didapat absorbansi yang relatif datar. Berarti Al(III) dapat menghalangi gangguan dari campuran asam-asam organiknya.

Pengaruh penambahan campuran asam tartarat-oksalat yang perbandinganya bervariasi pada penentuan asam askorbat dapat dilihat dari percobaan dengan adanya campuran asam-asam organik ini maka absorbansi akan menurun seperti terlihat pada Gambar 6.



Gambar 6. Pengaruh campuran asam tartarat dan oksalat tanpa Al (III) dan dengan Al (III)

Dari Gambar 6 terlihat penambahan variasi volume Al(III) akan menaikkan absorpsi serapan, pada volume 7 ml Al(III) yang konsentrasinya 0,028 M, menunjukkan serapan yang relatif datar. Berarti gangguan asam-asam organik dapat diatasi dengan penambahan Al(III) yang konsentrasinya 0,28 M, dimana Al(III) memasking campuran asam-asam organik sehingga tidak mengganggu pada penentuan asam askorbat.

Dari perhitungan didapat konsentrasi asam askorbat pada jeruk nipis $327,14 \pm 3,39$ ppm dengan recovery 95,93 %. Untuk ketelitian metoda didapat standar deviasi relatif 0,54 %.

KESIMPULAN

Kondisi optimum yang diperoleh dalam penentuan asam askorbat secara spektrofotometri adalah, serapan maksimum pada panjang gelombang 488 nm, pH buffer 4,5, konsentrasi besi $8,8 \cdot 10^{-5}$ M, konsentrasi o-fenantrolin $4 \cdot 10^{-5}$ %. Gangguan dari campuran asam sitrat, tartarat dan oksalat dapat diatasi dengan penambahan aluminium asetat 0,028 M. Aplikasi metoda terhadap sampel jeruk nipis diperoleh konsentrasi asam askorbat $327,14 \pm 3,39$ ppm, recovery 95,93 % dan standar deviasi relatif 0,54 %.

UCAPAN TERIMA KASIH

Ucapan terima kasih diarturkan kepada Suvenal Healthy dan Umiati Lukman serta semua pihak yang telah ikut membantu dalam penelitian ini.

DAFTAR PUSTAKA

- Jaselskis N. and Joseph Nelapaty S.J., 1971, *Anal.Chem.*, 44: 379 -381.
- Louis F. Fieser, 1950, *Organic Chemistry*, Feinhild Publishing, New York, pp 452-453.
- Powell Kipton J. and Raewyn M Town, 1995, *Aust Chem.*, 48: 1039 - 1040.
- Sarwono B., 1986, *Jeruk Nipis dan Pemanfaatannya*, Penerbit Swadaya, 1-2 dan 10-11.
- Skoog, D.A., West, D.M., Holler, F.J. 1994. *Analytical Chemistry*, Sounder College Publishing, 67-89.
- Stryer, L. 1975. *Biochemistry*, Freeman and Co. San Fransisco. 187-193.